

46-  
66-

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of  
the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.

DIALOG(R)File 352:Derwent WPI  
(c) 2001 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.

007583691

WPI Acc No: 1988-217623/198831

Prepn. of high bulk density detergent compsn. - by drying slurry of sodium sulphonate of satd. fatty acid, zeolite sodium carbonate, kneading and pulverising

Patent Assignee: LION CORP (LION )

Number of Countries: 001 Number of Patents: 002

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
JP 63154799	A	19880628	JP 86302336	A	19861218	198831 B
JP 96016236	B2	19960221	JP 86302336	A	19861218	199612

Priority Applications (No Type Date): JP 86302336 A 19861218

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan	Pg	Main IPC	Filing Notes
JP 63154799	A		8		
JP 96016236	B2		7	C11D-011/00	Based on patent JP 63154799

→ Abstract (Basic): JP 63154799 A

Detergent compsn. is prepd. by drying a slurry of detergent compsn. comprising Na sulphonate of satd., fatty acid, zeolite and Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> and opt. NaHCO<sub>3</sub>, kneading uniformly the dried compsn. with nonionic surfactant in a wt. ratio of Na sulphonate/ nonionic surfactant of 1.0-3.5 under a strong shearing force and pulverising the kneaded compsn. through a multistage cutter mill equipped with classifiers sequentially from the coarse to the fine particles.

The sulphonate salt is pref. Na salt of sulphonated (1-6C alkyl)(12-20C fatty acid ester). The nonionic surfactant is pref. adduct of 8-18C prim. or sec. alcohol with ethylene oxide or propylene oxide or fatty acid ester with ethylene glycol.

USE/ADVANTAGE - The detergent has high washing power in hard water, high solubility in cold water and is prepd. with high yield on a large scale. The compsn. is spherical has high fluidity and high bulk density.

0/0

Derwent Class: D25; E12; E17; E34

International Patent Class (Main): C11D-011/00

International Patent Class (Additional): C11D-001/28; C11D-003/12;

C11D-010/02; C11D-001-28; C11D-003-10; C11D-003-12

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭63-154799

⑬ Int.Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和63年(1988)6月28日

C 11 D 11/00

7144-4H

//C 11 D 10/02

7144-4H

1:28

3:12

3:10)

審査請求 未請求 発明の数 1 (全8頁)

⑮ 発明の名称 高嵩密度洗剤組成物の製造方法

⑯ 特 願 昭61-302336

⑰ 出 願 昭61(1986)12月18日

⑱ 発 明 者 永 合 一 雄 千葉県千葉市高洲2-2-9-305

⑲ 発 明 者 新 條 佳 子 千葉県千葉市幸町2-11-17-309

⑳ 発 明 者 中 村 昌 允 千葉県千葉市畑町477-10

㉑ 出 願 人 ライオン株式会社 東京都墨田区本所1丁目3番7号

㉒ 代 理 人 弁理士 白村 文男 外1名

#### 明 細 書

##### 1. 発明の名称

高嵩密度洗剤組成物の製造方法

##### 2. 特許請求の範囲

1. 飽和脂肪酸エステルのスルホン化物のナトリウム塩、ゼオライトおよび炭酸ナトリウムあるいはさらに重炭酸ナトリウムを含む洗剤原料組成物のスラリーを乾燥して得た乾燥物と非イオン界面活性剤とを、飽和脂肪酸エステルのスルホン化物のナトリウム塩/非イオン界面活性剤=1.0~3.5(重量比)の範囲で、強力な剪断力の下で均一に混合・捏和し、ついで、該捏和物をスクリーン分級機を有したカッターミル型の破砕機を用い、スクリーン穴径の大きい破砕機から小さい破砕機へ順次供給して多段破砕することを特徴とする高嵩密度洗剤組成物の製造方法。

##### 3. 発明の詳細な説明

###### 技術分野

本発明は、飽和脂肪酸エステルのスルホン化

物のナトリウム塩を含む高嵩密度洗剤組成物を、溶解性を改善して高収率で、かつ、工業的に大量生産する方法に関する。

###### 従来技術

飽和脂肪酸エステルのスルホン化物の塩は、洗浄力、耐硬水性に優れた界面活性剤であり、無リン洗剤の活性成分としても注目されている。

しかしながら、飽和脂肪酸エステルのスルホン化物の塩は、熱により加水分解を受けやすく、従来から一般に用いられている噴霧乾燥法により粒状洗剤としようとする、噴霧乾燥中にエステルが分解して、洗浄力の低いスルホ脂肪酸のジ塩に変化してしまうという問題があった。

現在市販されている衣料用洗剤としては、噴霧乾燥品が主流を占めている。この洗剤は、噴霧乾燥法により平均粒径200~800 $\mu$ m程度のビーズ状中空粒子とされており、嵩密度が0.3g/∞程度と低くなる。しかし、噴霧乾燥洗剤は、輸送コストがかさむ上に、保管・陳列にもかなりのスペースが必要であり、さらに一

般家庭においても置き場所に困ったり、計量しにくいという問題があった。

これに対し、従来の噴霧乾燥洗剤の欠点を解消し、濃縮化することにより少ない洗剤使用量で洗浄が可能な高濃度粒状洗剤の組成や製造方法が提案されている(特開昭60-72998号公報、同60-72999号公報、同60-86698号公報、同61-69809号公報、同61-76597号公報)。このような破砕造粒法によれば、飽和脂肪酸エステルのスルホン化物のナトリウム塩が、製造時に熱分解してしまうことも防止できる。

特開昭60-141091号には、飽和脂肪酸エステルのスルホン化物の塩を含む高濃度洗剤組成物の製造方法として、これらの洗剤原料を捏和、混合したのち解砕し、ついで、平均一次粒径 $10\mu\text{m}$ 以下の水不溶性微粉体でコーティングすることが提案されている。しかしこの方法では工業的に原料粉体を大量に得ることが困難である。

特願昭61-80917号明細書には、アニオン界面

活性剤およびゼオライトを含むスラリーを乾燥して得た乾燥粉体と、他の洗剤原料とを捏和、混合して高濃度洗剤とすることが提案されている。その実施例において、飽和脂肪酸エステルのスルホン化物およびゼオライトとをドラム乾燥して得た乾燥粉体と、ケイ酸ナトリウムと不飽和脂肪酸エステルのスルホン化物のナトリウム塩とを捏和混合して破砕造粒している。

また、ここまで用いてきたアルカリビルダーについて見てみると、カリウム塩型のアルカリビルダーでは洗浄力が著しく低下し、ケイ酸ナトリウムでは経時により不溶化が起こり、また、炭酸ナトリウムでは溶解性の低下がみられた。

しかし、飽和脂肪酸エステルのスルホン化物のナトリウム塩の高洗浄力を十二分に発揮せしめるには、アルカリビルダーは必要不可欠のものである。中でも、炭酸ナトリウムは性能、価格等の面で総合的に優れ、工業的に好適なビルダーである。

#### 発明の目的

以下、本発明についてさらに詳細に説明する。

本発明では、まず飽和脂肪酸エステルのスルホン化物のナトリウム塩と、ゼオライトと、炭酸ナトリウム(アルカリビルダー)とを含む乾燥物を用意する。また、さらにアルカリビルダーとして重炭酸ナトリウムを含有させることもできる。重炭酸ナトリウムを配合することによりpHを調整し、飽和脂肪酸エステルのスルホン化物のナトリウム塩の分解を制御することができる。

飽和脂肪酸エステルのスルホン化物としては、脂肪酸残基の炭素数が12~20の飽和脂肪酸の低級アルキルエステルのスルホン化物の塩が代表的であって、低級アルキル基の炭素数が1~6のものが適当である。この中でも脂肪酸残基の炭素数が14~18、低級アルキル基の炭素数が1~2のものが好適である。また、塩としてはナトリウム塩が用いられる。

飽和脂肪酸エステルのスルホン化物の塩は、得られる高濃度洗剤組成物中に5~30重量%

本発明は、飽和脂肪酸エステルのスルホン化物のナトリウム塩を含む高濃度洗剤組成物において、溶解性を著しく改善し、かつ、良好な外形形状で大量生産が可能な製造方法を提供することを目的とする。

#### 発明の構成

本発明の高濃度洗剤組成物の製造方法は、飽和脂肪酸エステルのスルホン化物のナトリウム塩、ゼオライトおよび炭酸ナトリウムあるいはさらに重炭酸ナトリウムを含む洗剤原料組成物のスラリーを乾燥して得た乾燥物と非イオン界面活性剤とを、飽和脂肪酸エステルのスルホン化物のナトリウム塩/非イオン界面活性剤=1.0~3.5(重量比)の範囲で強力な剪断力の下で均一に混合・捏和し、ついで、該捏和物をスクリーン分級能を有したカッターミル型の破砕機を用い、スクリーン穴径の大きい破砕機から小さい破砕機へ順次供給して多段破砕することを特徴とする。

配合されるように用いるのが適当であり、好ましくは10~25重量%である。

ゼオライトは、乾燥物中に20~35重量%含有されることが好ましい。

アルカリビルダーとして、炭酸ナトリウム、重炭酸ナトリウムが用いられる。炭酸ナトリウムは25~45重量%、重炭酸ナトリウムは0~20重量%の量、乾燥物中に含まれることが望ましい。

また、必要に応じて以下の任意成分を含有することができ、例えば、アルキル硫酸塩(AS)、ポリエトキシアルキル硫酸塩(AES)、アルキルアリールスルホン酸塩(LAS)、オレフィンスルホン酸塩(OS)、セッケンなどの陰イオン界面活性剤；クエン酸ナトリウム、エチレンジアミン四酢酸ナトリウム、ニトリロ三酢酸ナトリウムなどのキレートビルダー；蛍光剤、色素などが挙げられる。これら各成分は、捏和工程で添加することもできる。また、漂白組成物、酵素、香料などを最終製品に添加してもよい。

コールにE0およびプロピレンオキサイド(P0)を付加させたアルコールE0-P0付加型非イオン界面活性剤。

(3)脂肪酸エステルにE0を付加させた脂肪酸E0付加型ノニオン界面活性剤。

アルコールE0付加型非イオン界面活性剤は、そのE0付加モル数が8~30のものが望ましい。アルコールE0-P0付加型非イオン界面活性剤は、E0を平均8~20モル、P0を平均3~15モル付加させたものが好ましい。脂肪酸E0付加型非イオン界面活性剤は、E0を平均8~30モル付加させたものが好ましく、また、脂肪酸エステルとしては炭素数12~18の飽和または不飽和脂肪酸エステルが好適である。

さらに、(b)非イオン界面活性剤は、乾燥物中の(a)飽和脂肪酸エステルのスルホン化物のナトリウム塩に対して、(a)/(b)=1.0~3.5、好ましくは1.2~2.5の割合で配合することが必要である。この値が1.0未満では、非イオン界面活性剤が多すぎるために、溶解時に洗剤粒子

噴霧乾燥は、常法により行なうことができ、例えば、上記洗剤成分100重量部に対して50~100重量部の水を含む洗剤スラリーを、向流式噴霧乾燥塔で乾燥することにより行なわれる。スラリーは、飽和脂肪酸エステルのスルホン化物のナトリウム塩の加水分解を抑えるため、pHを12以下とすることが望ましい。

得られる噴霧乾燥物の水分は、上記洗剤成分100重量部に対して10重量部以下とすることが、後工程でのハンドリングを考慮した粉体物性の面から好ましい。

ついで、乾燥物と非イオン界面活性剤とを均一に混合・捏和して捏和物とする。

非イオン界面活性剤としては、次のものが好適に用いられる。

(1)平均炭素数8~18の一級または二級アルコールにエチレンオキサイド(E0)を付加させたアルコールE0付加型非イオン界面活性剤。

(2)平均炭素数8~18の一級または二級アル

表面でゲル化が生じて溶解速度が低下し、また、付着性が增大するために製造性が劣化する。一方、3.5を超えると溶解性改善効果が充分でない。

非イオン界面活性剤による溶解性改善効果を十分に発揮させるためには、乾燥物中の飽和脂肪酸エステルのスルホン化物のナトリウム塩と非イオン界面活性剤とを微視的に均一混合することが必要である。そこで、乾燥物と非イオン界面活性剤とは、強力な剪断力のもとで均一に混合・捏和される。この混合・捏和はニーダにより行なうことができ、連続ニーダが好適である。特に、後段の破砕工程において、破砕機への負荷を軽減するためには捏和物をペレット化して供給することが好ましいことから、均一捏和とペレット化との両機能を果たしたニーダーが好ましく、例えば、栗本鉄工所㈱から、KRCニーダーとして市販されている。

通常の押出機は、圧力がかかるものの均一混合という点では不十分であり、十分な溶解性改

磨効果が得られない。押出機は、緊密捏和を  
作成した後のペレット化のための補助装置とし  
て用いることができる。

非イオン界面活性剤を捏和・混合することによ  
り、得られた高嵩密度洗剤の溶解性が著しく  
改善され、また、アルカリビルダーとして炭酸  
ナトリウムの使用が可能となった。さらに、非  
イオン界面活性剤を添加することにより、洗剤  
組成物の濯ぎ性も改善される。

得られた捏和物は、スクリーン分級機能を有  
したカッターミル型の破砕機を用い、スクリー  
ン穴径の大きい破砕機から小さい破砕機へ順次  
供給して多段破砕される。

スクリーン穴径の大きいカッターミルタイプ  
の破砕機から小さい穴径のものに順次供給し、  
目的粒径の造粒物となるまで多段破砕すること  
により、破砕機投入前後の平均粒子比が小さく  
なり、過度な破砕を受けず、微粉量が減少して  
収率が向上する。

また、過度な破砕を受けないことと、破砕室

内での円心効果(盤粒)を多く受けることが相ま  
って、シャープな粒度分布をもち、偏平粒子や  
針状粒子がほとんどない形状の改善された破砕  
造粒物が得られ、商品価値の高い高嵩密度洗剤  
の造粒方法として工業的に有効な方法である。

さらに、多段破砕造粒に用いるのと同じ数の  
破砕機を従来技術の一段破砕方法として並列に  
並べた場合と比較して、破砕能力を向上させる  
ことができる。この場合に各段の破砕機におい  
て、破砕機の出入口での平均粒子径比を適切な  
値に設定し、必要な破砕の程度(小粒径化)量を  
各段に割り振ることにより、破砕能力をよりい  
っそう効果的に改善することができる。

捏和物はカッターミルによる破砕に先立って、  
前述の連続ニーダーや押出し成形等によりペレ  
ットにすることが適当である。ペレットの径は  
2~10mmが好適であり、好ましくは4~7mm  
である。ペレット径が小さくなりすぎると、押  
出し圧力の上昇により押出し機に取付けられた  
ダイスの変形等のトラブルの原因となる。一方、

ペレット径が大きすぎると、破砕機への負荷が  
増大する。また、ペレットの長さは、ペレット  
切断用ナイフへの付着や破砕機への負荷を考慮  
すると、5~30mmが適当であり、好ましくは5  
~15mmである。

ペレットは、分級スクリーンを有したカッタ  
ーミルタイプの破砕機で多段に破砕されて、破  
砕造粒される。

最終破砕造粒物の平均粒径は300~1500 $\mu$ mが  
良好で、好ましくは500~1000 $\mu$ mである。粒径  
が大きいと洗濯中での溶解性が遅くなり、布付  
着、洗浄力低下の問題が生じ、逆に小さいと微  
粉の増加による発塵量の増大と破砕収率の低下  
につながる。

カッターミルタイプの破砕機としては、多段  
の回転破砕刃を有し、360°解放スクリーンを  
通して破砕物が排出されるものであり、例えば、  
ニュースビードミル(岡田精工機)として市販さ  
れている。スクリーンの開口径を調整すること  
により任意の上限粒径を設定することができる。

スクリーンは、金網タイプ、ヘリンボンタイ  
プ、パンチングメタルタイプなど特に限定され  
ないが、スクリーン強度、破砕物の形状を考慮  
すると、パンチングメタルが好ましい。

高嵩密度洗剤の多段破砕における破砕能力は、  
破砕機が直列に接続されるため、大能力で且つ  
各段共通となるようにすることが好ましい。こ  
れを実現するためには、スクリーン穴径の選定  
により得られる破砕機入口、出口の平均粒子径  
の比に最適な値があることが見出された。

$dp_1 > 5000 \mu m$	$: dp_1 / dp_2 = 1.1 \sim 6$
$5000 \mu m > dp_1 > 2000 \mu m$	$: dp_1 / dp_2 = 1.1 \sim 3$
$2000 \mu m > dp_1 > 1000 \mu m$	$: dp_1 / dp_2 = 1.1 \sim 1.5$
$dp_1 < 1000 \mu m$	$: dp_1 / dp_2 = 1.1 \sim 1.3$
$dp_1$ : 破砕機に投入される粒子の平均粒子径	
$dp_2$ : 破砕機から排出される粒子の平均粒子径	

破砕処理開始時の平均粒子径と所望する破砕  
造粒物の平均粒子径とが設定されると、これに  
従っておのずと破砕段数が決定される。そのと  
き、スクリーン穴径と得られる破砕物の平均粒  
子径との関係を予め実験で得ておけば、さらに  
効果的である。

また、上記関係からも判るように、大きい粒子径では体表面積が小さく破砕機にかかる負荷も小さいので、入口-出口での平均粒子径の比が広くとれる。そこで、多段破砕に際しては、上段の破砕機で可能な限り破砕粒径を小さくすることが望ましい。

多段破砕に際しては、各段毎の破砕機の排出口に篩を設け、所望粒度の破砕物のみを次段の破砕機に供給することもできるが、篩が目詰まり、系の複雑化、開付面積の増加の点で不利である。そこで、1段目の破砕機からの排出物(破砕物)をそのまま2段目(さらには順次3段目以降)の破砕機に供給する直結型が好ましい。

破砕に際しては、破砕助剤を添加することが好ましい。破砕助剤は一般に粉砕助剤(grinding aid)として知られており、粉砕機中に少量添加することにより、粉砕動力の低減、粉砕粒度の改善、粉砕製品の性状の改善などの作用を有する。

破砕助剤の粒度は $50\mu\text{m}$ 以下が好適であり、

破砕熱により破砕物が軟化して破砕機に付着することを防止するために、破砕機内へ冷風を導入することが望ましい。冷風温度は $10\sim 25^{\circ}\text{C}$ が適当であり、好ましくは $15\sim 20^{\circ}\text{C}$ である。また、冷風量は $0.1\sim 5\text{m}^3/\text{kg}$ (破砕物)が適当である。冷風量が多すぎると、破砕物の温度が著しく低下し破砕物が硬く脆くなるため、過粉砕となり微粉増加および形状劣化の原因となる。

冷風の導入方法としては、1段目への必要量の一括導入、各段への分割導入のいずれでもよい。また、破砕機より排出された冷風は、粉体と分離した後にリサイクルすることが経済性から見て得策である。

得られた破砕造粒粒子はさらに粉体特性を改善するために、水不溶性粉体でコーティングしてもよい。

また、飽和脂肪酸エステルのスルホン化物のナトリウム塩の加水分解を防止する目的で、コーティング剤として重亜硫酸ナトリウムを用いてもよい。なお、コーティング剤は、一種類と

好ましくは $20\mu\text{m}$ 以下である。また、添加量は破砕量に対して $0.5\sim 10$ 重量%が好適である。破砕助剤の種類としては、ステアリン酸塩、A型ゼオライト等のアルミノ珪酸塩、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、珪酸マグネシウム、二酸化珪素、二酸化チタン、微粉砕された炭酸ナトリウム、硫酸ナトリウムが望ましい。これらの破砕助剤が破砕物表面に付着し、破砕物の表面活性を低下させることにより、破砕機への付着防止およびこれに伴う破砕動力の低減、破砕物の流動性改善が図られる。

助剤の添加方法としては、予め破砕前に混合する方法と、多段破砕の1段目に必要量の全量を一括添加する方法と、各段毎に分割添加する方法とがある。いずれを選定するも任意であるが、助剤効果および経済性の点で一括添加が望ましい。さらに、破砕機同士を直結し、各段間を密閉する系とすることにより(密閉直結型)、助剤の損失が少なくなり、少量の助剤添加量で効果的に作用させることができる。

は限らず、A型ゼオライトと重亜硫酸ナトリウムというように組合せてもよい。

#### 発明の効果

本発明に従うと、洗浄力が高く耐硬水性に優れた飽和脂肪酸エステルのスルホン化物のナトリウム塩を用いた洗剤組成物において、冷水への溶解性が良好で、かつ、製品形状が球に近く、粉体物性および外観に優れた高嵩密度の粒状洗剤を高収率で大量生産できるので、工業的な製造方法として好適である。

#### 実施例1

後記表-1の組成となるように高嵩密度洗剤を製造した。この組成のうち飽和脂肪酸メチルエステルのスルホン化物のナトリウム塩、セッケン、炭酸ナトリウムの $20/30$ 、A型ゼオライトの $20/25$ 、重炭酸ナトリウムを、スラリー水分が55%になるように調整した後、向流式噴霧乾燥塔を用い水分7%まで乾燥した。使用した熱風の温度は $360^{\circ}\text{C}$ であった。

得られた噴霧乾燥物は、平均粒径 $350\mu\text{m}$ 、嵩

密度0.25g/cm<sup>3</sup>、安息角45°と流動性も良好であった。

ついで、上記噴霧乾燥物、青色色素を添加した非イオン界面活性剤(炭素数12~13の高級アルコールにエチレンオキシド15モルを付加したもの)および炭酸ナトリウムの10/30を、連続ニーダー(栗本鉄工所、KRCニーダー#2型)に導入し、緻密で均一な捏和物を得た。

ニーダーのジャケットには5℃の冷水を流し、捏和熱等の除去を図った。得られたペレットの温度は40℃であった。

ニーダーの排出口に、5mmφの穴径を80個有した多孔板(厚さ10mm)を設置し、捏和物を約5mmφ×10mmの円筒状ペレットとした。このペレットは、均一な青色を呈しており、非イオン界面活性剤と噴霧乾燥物、即ち飽和脂肪酸メチルエステルのスルホン化物のナトリウム塩とが均一に混合されていることが判る。

得られたペレットを、重量比で2倍量の15℃の冷却空気とともに、破砕機(ニュースビード

ミルND-10型、岡田精工機)へと導入した。このとき、同時に粉砕助剤として、平均粒径1μm(一次粒径)のA型ゼオライトの5/25を添加した。

破砕機は、長さ15cmのカッターをクロス4段で有しており、3000rpmで回転し、スクリーンは360°パンチングメタルからなっている。この破砕機を連続で3段接続し、第1段の破砕機からの排出物(破砕物)を第2段の破砕機に、ついで同様に第3段の破砕機に供給して多段(3段)破砕した。パンチングメタルの穴径を、1段目:3.5mmφ、2段目:2mmφ、3段目:1.5mmφとした。

破砕機を3段通過した粒子を冷却空気から分離して製品(高嵩密度洗剤)とした。

洗剤組成、製造性および製品性状を後記表-1に示した。

実施例2および比較例1~2

非イオン界面活性剤と飽和脂肪酸エステルのスルホン化物のNa塩との比率を表-1のよう

に変えた以外は、実施例1と同様にして高嵩密度洗剤組成物を製造した。その性状を表-1に示した。なお、非イオン界面活性剤の変動分は、同様に消泡効果を有するセッケンで調整した。

実施例3~4

非イオン界面活性剤と飽和脂肪酸エステルのスルホン化物のNa塩との比率を表-1のように変え、噴霧乾燥までは実施例1と同様に製造した。

この噴霧乾燥物、青色色素を添加した非イオン界面活性剤(炭素数12~13の高級アルコールにエチレンオキシド15モルを付加したもの)および炭酸ナトリウムの4/30、A型ゼオライトの5/25を、連続ニーダー(栗本鉄工所、KRCニーダー#2型)に導入し、緻密で均一な捏和物を得た。さらに、粉砕助剤としてA型ゼオライトの代りに平均粒径30μmの炭酸ナトリウムを6/30添加する以外は、実施例1と同様にして高嵩密度洗剤組成物を製造した。その性状を表-1に示した。なお、非イオン界面活性剤の

変動分は同様に消泡効果を有するセッケンで調整した。

実施例5

非イオン界面活性剤と飽和脂肪酸エステルのスルホン化物のNa塩との比率を表-1のように変え、噴霧乾燥物中の重炭酸ナトリウム0と変えた以外は実施例1と同様にして、高嵩密度洗剤組成物を製造した。その性状を表-1に示した。なお、非イオン界面活性剤の変動分は同様に消泡効果を有するセッケンで調整した。

なお、実施例1~5で得られた粒状洗剤の製品形状は、いずれも角が取れたほぼ球状であった。

また、表中の溶解速度および製造性は、次のようにして評価した。

#### 溶解速度

ビーカーに25℃の水1ℓを入れ、この中に電導度測定用セルを挿入する。ついで、水中に各高嵩密度洗剤組成物を0.83g添加し、低速スタローを用い250rpmの速度で攪拌して、添加し

た洗剤粒子の90%が溶解する時間を電導度変化から測定して、溶解速度とした。ここで、電導度計としてはHORIBA CONDUCTIVE METER DS-8F型を用いた。

#### 製造性

以下の基準で評価した。

○：能力100kg以上で装置への付着がない。

△：能力50kg～100kgで装置への付着がわずかに認められる。

×：能力50kg以下で装置への付着がある。

(以下余白)

No	実 施 例				比 較 例		
	1	2	3	4	5	1	2
組 成 成 分	(a)飽和SF <sup>※</sup>	13	13	13	13	13	13
	(b)非イオン界面活性剤	8	13	10	6	4	0
	炭酸ナトリウム	30	30	30	30	30	28
	重炭酸ナトリウム	6	6	6	6	0	6
	A型ゼオライト	25	25	25	25	25	25
性 質	セッケン	5	0	3	7	9	13
	その他	5	5	5	5	11	5
	(a)/(b) 比	1.6	1.0	1.3	2.2	3.3	—
	製品水分 (%)	8	8	8	8	8	8
	収 率 <sup>※</sup> (%)	90	80	90	90	90	50
製 品 性 質	製 造 性	○	○~△	○	○	○	×
	溶解度 (g/cc)	0.81	0.79	0.80	0.81	0.81	0.78
	安息角 (°)	40	45	40	40	40	55
	溶解速度 (s)	75	100	80	110	130	180
	備 考	—	—	—	—	—	—

※1 飽和脂肪酸メチルエステルNスルホン化物のナトリウム塩

※2 収率は粒径16～60μmの値

#### 実施例6～9

実施例3と同様の組成において非イオン界面活性剤の種類を表-2のようにかえた洗剤組成物について、実施例1と同様の方法で製品を作成した。その性状を表-2に示す。

表-2

	実施例			
	6	7	8	9
非イオン界面活性剤	ドバノックス23J <sup>※1</sup>	ドバノックス25I <sup>※2</sup>	ソフタノール200 <sup>※3</sup>	ソフタノール9050 <sup>※4</sup>
製品水分(%)	8	8	8	8
収率(%)	90	90	90	90
製造性(%)	○	○	○	○
溶解度(g/cc)	0.79	0.79	0.81	0.80
溶解速度(s)	90	95	80	85

※1 炭素数12～14の一般アルコールにエチレンオキシド10モル付加したもの

※2 炭素数12～15の一般アルコールにエチレンオキシド9モル付加したもの

※3 炭素数12～14の一般アルコールにエチレンオキシド20モル付加したもの

※4 炭素数12～14の一般アルコールにエチレンオキシド9モル、プロピレンオキシド5モル付加したもの

#### 比較例3

実施例1と同様の組成において、連続ニーダを押し出し機(不二パウダル：ベレッタ、ダブルEXD-60型)に変更し、他の工程については実施例1と同様の方法で製品を作成した。押し出し造粒物の色は不均一で破砕機の2段目以降に付着が生じ、10分後に停止した。採取した少量のサンプルの性状を後記表-3に示す。

#### 実施例10～11および比較例4

実施例1と同様の組成において、破砕工程を以下のように変えて、破砕機の能力の上限で運転し、他の工程については実施例1と同様の方法で製品を作成した。その性状を表-3に示す。

実施例10 破砕機は3段

実施例11 破砕機は2段

スクリーン穴径を2.5mmφ、1.5mmφとする。

比較例4 破砕機は1段

スクリーン穴径を1.5mmφとする。

また、破砕工程の違いによる粒子形状の差を  
合わせて表-3に示す。

(以下余白)

表-3

製造性	破砕機能力 (kg/hr) 運転状況	比較例3	実施例10	実施例11	比較例4
		-	150	85	15
製品形状		付着発生 運転停止	問題なし	問題なし	問題なし
	嵩密度 (g/cc)	(0.83)	0.81	0.81	0.75
	平均粒径 ( $\mu$ )	(830)	750	750	700
	60pass (%)	(5)	6	4	18
形状		-	球状	ほぼ球状	扁平・針状粒子が多い